



PROCEDIMIENTO PARA EL CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICO



Código: PRO 7.5 LIS 01	Página 1 de 9
Fecha de Emisión: 02/01/2008	Fecha de Rev: 15/10/2008 Num. De Rev: 1
Elaboró: ANALISTA DE AREA DE ABSORCIÓN ATOMICA	
Aprobado por: JEFE DE LABORATORIO DE ING. SANITARIA	

1. PROPÓSITO Y ALCANCE.

Propósito

Este procedimiento tiene como objetivo el dar a conocer los criterios necesarios de control de calidad en los ensayos.

Alcance

Éste procedimiento es aplicable al área de Absorción Atómica, en la técnica de flama del Laboratorio de Ingeniería Sanitaria.

2. Definiciones y Terminología.

- Equipo:** Es aquel que sirve de apoyo o soporte para la ejecución de la operación.
- Instrumento de Medición:** Dispositivo destinado a ser utilizado para hacer mediciones sólo o en conjunto con dispositivos complementarios.
- Criterio de aceptación:** Valor o intervalo de una especificación o propiedad que se define como apta.
- Calibración:** Conjunto de operaciones que establecen, bajo condiciones específicas, la relación entre los valores de una magnitud indicados por un instrumento o sistema de medición, o los valores representados por una medida materializada y los valores correspondientes de la magnitud, realizados por los patrones, efectuando una corrección del instrumento de medición para llevarlo a las condiciones iniciales de funcionamiento.
- Disolución estándar:** Disolución de concentración conocida preparada a partir de un patrón primario.
- Medición:** Conjunto de operaciones que tiene por objeto determinar el valor de una magnitud.
- Material de referencia certificado:** Material de referencia, acompañado de un certificado, en el cual uno o más valores de las propiedades están certificados por un procedimiento que establece la trazabilidad a una realización exacta de la unidad en la cual se expresan los valores de la propiedad, y en el que cada valor certificado se acompaña de una incertidumbre con un nivel declarado de confianza.
- Patrón (de medición):** Material de referencia, instrumento de medición, medida materializada o sistema de medición destinado a definir, realizar, conservar o reproducir una unidad o uno o más valores de una magnitud para utilizarse como referencia.
- Trazabilidad:** Propiedad del resultado de una medición o del valor de un patrón por la cual pueda ser relacionado a referencias determinadas, generalmente patrones nacionales o internacionales, por medio de una cadena ininterrumpida de comparaciones teniendo todas las incertidumbres determinadas.



PROCEDIMIENTO PARA EL CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICO



Código: PRO 7.5 LIS 01	Página 2 de 9
Fecha de Emisión: 02/01/2008	Fecha de Rev: 15/10/2008 Num. De Rev: 1
Elaboró: ANALISTA DE AREA DE ABSORCIÓN ATOMICA	
Aprobado por: JEFE DE LABORATORIO DE ING. SANITARIA	

**Verificación de la calibración:** Una verificación periódica de que no han cambiado las condiciones del instrumento en una forma significativa.

**Metales totales:** Es la suma de las concentración de metales en ambas fracciones de una muestra, disueltos y suspendidos. Estos pueden ser determinados en una muestra sin filtrar que previamente ha sido digerida vigorosamente con ácido para solubilizar completamente a los metales a determinar.

**Ensayo:** Operación técnica que consiste en la determinación de una o mas características de un determinado producto, material, etc. de acuerdo con un procedimiento o método especificado.

**Límite de detección:** Concentración mínima del analito en una muestra, la cual puede ser detectada pero no necesariamente cuantificada bajo las condiciones de operación establecidas en el instrumento.

**Límite de cuantificación:** Es la menor concentración de un analito o sustancia en una muestra que puede ser cuantificada con precisión y exactitud aceptables bajo las condiciones en que se lleva a cabo el método

**Método:** Procedimiento normalizado de trabajo concerniente al ensayo.

**Optimización:** Operación destinada a ajustar los parámetros para que logre las especificaciones requeridas o máximas.

3. Responsables y abreviaturas.

JLAB Jefe de Laboratorio

ANA Analista

RESP Responsables de Área

4. Procedimiento.

4.1 Generalidades: Productos químicos/reactivos

4.1.1 ANA Todos los reactivos y productos químicos que se empleen deben de cumplir con las especificaciones de los métodos empleados. En el caso de que el protocolo o el método no cuenten con especificaciones particulares se deben emplear en todos los casos reactivos grado reactivo analítico (RA).



PROCEDIMIENTO PARA EL CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICO



Código: PRO 7.5 LIS 01	Página 3 de 9
Fecha de Emisión: 02/01/2008	Fecha de Rev: 15/10/2008 Num. De Rev: 1
Elaboró: ANALISTA DE AREA DE ABSORCIÓN ATOMICA	
Aprobado por: JEFE DE LABORATORIO DE ING. SANITARIA	

Los reactivos preparados deberán contener una etiqueta en su envase que incluya como mínimo la siguiente información:

- Identidad
- Requerimientos de almacén
- Refrigeración
- Protección de la luz
- Concentración
- Fecha de caducidad

4.1.2 ANA **Agua reactivo:**

El laboratorio cuenta con una fuente de agua reactivo. Esto es agua que tenga un valor de resistencia de por lo menos 0,2 megahoms (conductividad máximo 5,0 micromhos/cm) a 25°C. El agua reactivo debe conservarse en envases cerrados. Realiza pruebas periódicas de control de la calidad del agua, documentando en el formato Control de agua desionizada [FOR 7.5 LIS 02](#) en función de los volúmenes de agua que se empleen (cada garrafón utilizado). Sin embargo en ningún caso las pruebas pueden realizarse más espaciadas que un mes.

4.1.3 ANA **Limpieza del material.**

Todo el material usado en esta determinación debe ser exclusivo para este procedimiento. Para el lavado del material remojar durante 1 h en una disolución de ácido nítrico al 10 % y enjuagar con agua. Los detergentes con base de amoníaco no deben usarse para la limpieza del material. Su uso debe restringirse dentro del laboratorio.

Los contenedores de las muestras deben lavarse con disolución de detergente no iónico, libre de metales, enjuagarse con agua, remojar en ácido toda la noche y volver a enjuagarse con agua libre de metales y dejar secar (con cuidado especial para el análisis de trazas).

En los casos de que se presenten adherencias en el material debe dejarse remojando de 12 h a 24 h con HNO<sub>3</sub> (1:5), HCl (1:5) o con agua regia (3 partes de HCl concentrado + 1 parte de HNO<sub>3</sub> concentrado) a 70°C, después debe ser enjuagado con agua libre de metales.

4.1.3 ANA **Materiales**

Todo el material volumétrico utilizado en este método debe ser de clase A con certificado y/o en su caso debe estar calibrado.

4.1.4 ANA **Materiales de Referencia Certificados (MRC)**

Los patrones primarios utilizados son soluciones certificadas con trazabilidad definida al CENAM o NIST, y vienen acompañados del certificado de calidad.

Recibe los MRC teniendo cuidado de revisar la concentración, fecha de caducidad anotando el alta en el formato de recepción de materiales de referencia certificados [FOR 7.5 LIS 03](#).



PROCEDIMIENTO PARA EL CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICO



Código: PRO 7.5 LIS 01	Página 4 de 9
Fecha de Emisión: 02/01/2008	Fecha de Rev: 15/10/2008 Num. De Rev: 1
Elaboró: ANALISTA DE AREA DE ABSORCIÓN ATOMICA	
Aprobado por: JEFE DE LABORATORIO DE ING. SANITARIA	

Los MRC son conservados bajo condiciones controladas de humedad, temperatura y medio oxidante que garantice sus características de pureza, en un área específica e identificada.

Los MRC son preparados para cada uno de los elementos a ensayar con la misma proporción del ácido que contiene el original, cada vez que se vaya a determinar el metal se preparan los estándares de trabajo (curva de calibración) a partir del MRC, y anotando en el formato uso de los MRC [FOR 7.5 LIS 04](#) evitando regresar el MRC sobrante a su envase original.

4.1.5 ANA

**Procedimiento de preparación y acondicionamiento de la muestra (metales totales)**

Las muestras deberán ser preservadas durante el muestreo o en la recepción del laboratorio, de acuerdo al [ANEXO A](#) de este procedimiento y será identificado el envase para tal fin.

**Digestión para Cobre, Manganeso, Zinc y Hierro:**

Para la digestión de la muestra en parrilla de calentamiento y en vaso abierto transferir 100 mL de la muestra homogenizada y atemperada a un vaso de precipitado de 250 mL y añadir 2 mL de ácido nítrico concentrado. Cubrir con vidrio de reloj y calentar. Concentrar la muestra hasta un volumen aproximado de 10 mL, filtrar en papel No. 40 para muestras con partículas suspendidas en un matraz aforado de 25 mL o 50 mL, enjuagar varias veces el vaso de precipitado y aforar hasta la marca. Realizar cada muestra por triplicado.

**Preparación para Calcio y Magnesio:**

Tomar 5 mL de la muestra con pipeta volumétrica previamente homogeneizada y atemperada, transferir a un matraz volumétrico de 100 mL, adicionar 5 mL de solución de Oxido de Lantano (ver [ANEXO A](#) de este procedimiento), adicionar 5 mL de ácido clorhídrico concentrado, homogeneizar y aforar hasta la marca. Realizar cada muestra por triplicado

**Preparación para Sodio y Potasio:**

Las muestras para estos metales, se analizan directamente sin digestión. Para muestras con partículas suspendidas filtrar en papel No. 40, y recolectar un volumen suficiente para la aspiración directa.

**Rastreabilidad de muestras:**

En la preparación de la muestra se contempla la descripción de lotes analíticos en el formato [FOR 7.5 AAS 01](#) donde se especifica el número de muestras, orden correspondientes, ensayos que se incluyen, también se sigue el volumen tomado de cada muestra preparada en el formato Seguimiento de muestras [FOR 7.5 AAS 05](#), además la digestión se lleva llenando el formato cronograma flama [FOR 7.5 AAS 04](#).



PROCEDIMIENTO PARA EL CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICO



Código: PRO 7.5 LIS 01	Página 5 de 9
Fecha de Emisión: 02/01/2008	Fecha de Rev: 15/10/2008 Num. De Rev: 1
Elaboró: ANALISTA DE AREA DE ABSORCIÓN ATOMICA	
Aprobado por: JEFE DE LABORATORIO DE ING. SANITARIA	

4.1.5 ANA

Calibración:

Después de haber puesto en marcha el instrumento de acuerdo al instructivo de operación de espectros [ITR 7.5 LIS 01](#), seleccionado los parámetros definidos por el método y optimizado el mismo de acuerdo a las condiciones por elemento definidas en [DOC 7.5 AAS 01](#), se lee el primer juego de patrones para calibrar obteniendo las señales que se registran en los formatos de Curva de Calibración [FOR 7.5 AAS 01](#) para cada elemento (la distinción de cada formato será de acuerdo a su contenido, descrito en la primera página y el símbolo del elemento). Los patrones de la curva de calibración deben abarcar todo el rango del método con un mínimo de cuatro concentraciones y un blanco de reactivos en el intervalo lineal demostrado para cada elemento. El primer punto debe ser igual o mayor al límite de cuantificación, y el último debe estar dentro del intervalo lineal.

Tratamiento de los datos de la curva de calibración:

Dada la influencia de los distintos factores instrumentales y operativos la calibración mas representativa y completa se obtiene mediante las características de una curva de regresión. Los parámetros a extraer de la curva de calibración son: ordenada al origen (b), pendiente (m), intervalo de confianza de la curva de calibración y límite de detección.

**Nota:** se debe tener en cuenta que distintos programas de estadística y hojas de cálculo comunes permiten el cálculo de los diferentes parámetros significativos y los intervalos de confianza de la curva de calibración. El JLAB debe estar familiarizado con el programa y de la validación de los cálculos.

4.5.1.1

Ejemplo de calibración y especificación instrumental:

Patrón (unidades)	Señal (unidades)
0,0	0,002
1,0	0,036
2,0	0,075
3,0	0,115
4,0	0,150
5,0	0,170
6,0	0,204
7,0	0,227



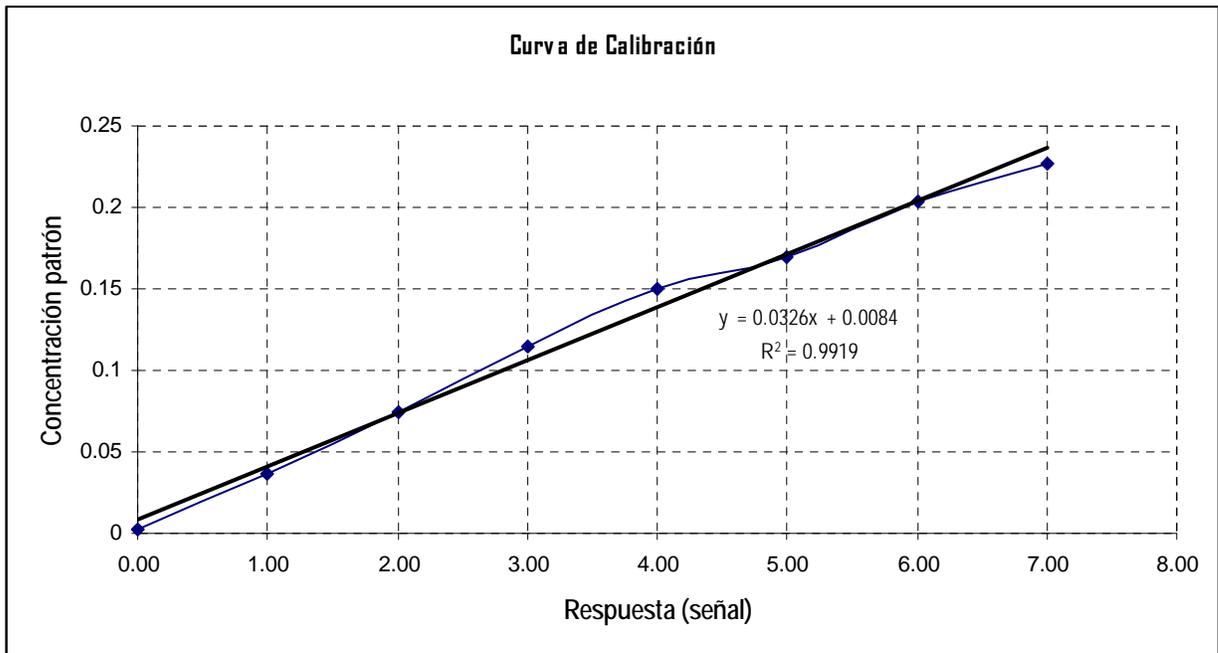
PROCEDIMIENTO PARA EL CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICO



Código: PRO 7.5 LIS 01	Página 6 de 9
Fecha de Emisión: 02/01/2008	Fecha de Rev: 15/10/2008 Num. De Rev: 1
Elaboró: ANALISTA DE AREA DE ABSORCIÓN ATOMICA	
Aprobado por: JEFE DE LABORATORIO DE ING. SANITARIA	

4.5.1.2 ANA Datos de la curva de regresión

A partir de los datos obtener los datos de la curva de regresión, los que se logran mediante cálculo en hoja de cálculo (excel) llenando el FOR 7.5 LIS 05 curva de calibración ajustada.





PROCEDIMIENTO PARA EL CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICO



Código: PRO 7.5 LIS 01	Página 7 de 9
Fecha de Emisión: 02/01/2008	Fecha de Rev: 15/10/2008 Num. De Rev: 1
Elaboró: ANALISTA DE AREA DE ABSORCIÓN ATOMICA	
Aprobado por: JEFE DE LABORATORIO DE ING. SANITARIA	

4.5.1.3 ANA **CÁLCULOS:**

Realizar las gráficas de la curvas de calibración de cada uno de los metales de acuerdo a las concentraciones esperadas de la muestra.

Calcula la concentración de la muestra por medio de la ecuación de la recta que se obtiene de las curvas de calibración para cada metal empleando la siguiente ecuación:

Ecuación 1:

$$Y = mX + b$$

donde:

- Y es la absorbancia de la muestra ya procesada;
- m es la pendiente, y
- b es la ordenada al origen.

despejar X que debe ser la concentración de la muestra procesada y tomar en cuenta los factores de dilución que se realicen en cada uno de los metales según la técnica utilizada, y se debe obtener la concentración del metal en la muestra en el formato [FOR 7.5 LIS 05](#) curva de calibración ajustada.

4.5.1.4 ANA **Reporte de resultados:**

No se deben reportar concentraciones de elementos por debajo del límite de detección.

Reporta los resultados del análisis en mg/L en el formato Resultados por elemento [FOR 7.5 AAS 02](#) (la distinción de cada formato será de acuerdo a su contenido, descrito en la primera página y el símbolo del elemento).

4.5.1.4 ANA **Evidencia de la aceptación o rechazo de los resultados:**

Además el laboratorio debe mantener la información original reportada por los equipos en disquetes o en otros respaldos de información.

Realiza la captura de tres curvas de calibración en tres fechas diferentes en el formato Evaluación de Resultados EDMA [FOR 7.5 LIS 06](#) y verifica el criterio de acuerdo a lo siguiente:

- El valor del coeficiente de correlación deberá ser igual o mayor a 0.995
- El valor del limite de cuantificación calculado deberá ser menor o igual al Nivel 1



PROCEDIMIENTO PARA EL CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICO



Código: PRO 7.5 LIS 01	Página 8 de 9
Fecha de Emisión: 02/01/2008	Fecha de Rev: 15/10/2008 Num. De Rev: 1
Elaboró: ANALISTA DE AREA DE ABSORCIÓN ATOMICA	
Aprobado por: JEFE DE LABORATORIO DE ING. SANITARIA	

5. Referencias

5.1 Normativas

ISO 9001: 2000 Sistema de Gestión de la Calidad – Requisitos

NMX-AA-051-SCFI-2001: Análisis de agua - determinación de metales por absorción atómica en aguas naturales, potables, residuales y residuales tratadas - método de prueba

NMX-AA-115-SCFI-2001: Análisis de agua - criterios generales para el control de la calidad de resultados analíticos

5.2 Procedimientos relacionados

Código	Descripción
N/A	

5.3 Documentos de referencia

Código	Descripción
<a href="#">ITR 7.5 LIS 01</a>	Instructivo de operación de espectros
<a href="#">DOC 7.5 AAS 01</a>	Condiciones por elemento

6. Formatos.

Código	Descripción	Retención
<a href="#">FOR 7.5 LIS 02</a>	Control de agua desionizada	Al menos 4 Años
<a href="#">FOR 7.5 LIS 03</a>	Recepción de materiales de referencia certificados	Al menos 4 Años
<a href="#">FOR 7.5 LIS 04</a>	Uso de los Materiales de referencia certificados	Al menos 4 Años
<a href="#">FOR 7.5 AAS 03</a>	Descripción de lotes analíticos en el formato	Al menos 4 Años
<a href="#">FOR 7.5 AAS 05</a>	Seguimiento de muestras	Al menos 4 Años
<a href="#">FOR 7.5 LIS 05</a>	Curva de calibración ajustada	Al menos 4 Años
<a href="#">FOR 7.5 LIS 06</a>	Evaluación de Resultados EDMA	Al menos 4 Años
<a href="#">FOR 7.5 AAS 01</a>	Datos de Curva de Calibración	Al menos 4 Años
<a href="#">FOR 7.5 AAS 02</a>	Resultados por elemento	Al menos 4 Años
<a href="#">FOR 7.5 AAS 04</a>	Cronograma flama	Al menos 4 Años



PROCEDIMIENTO PARA EL CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICO



Código: PRO 7.5 LIS 01	Página 9 de 9
Fecha de Emisión: 02/01/2008	Fecha de Rev: 15/10/2008 Num. De Rev: 1
Elaboró: ANALISTA DE AREA DE ABSORCIÓN ATOMICA	
Aprobado por: JEFE DE LABORATORIO DE ING. SANITARIA	

7. Diagramación: N/A

8. Historial de Revisiones.

No Revisión	Descripción de la Revisión	Fecha de Revisión

ANEXO A

**Solución de lantano.** Disolver 58,65 g de óxido de lantano,  $\text{La}_2\text{O}_3$ , en 250 ml de HCl concentrado. Adicionar lentamente el ácido, hasta la disolución total y diluir a 1 000 ml con agua.

Preservación de muestras en campo o recibidas en el laboratorio:

Analito	Preservador	Tiempo máximo de almacenamiento antes del análisis de la muestra	Tiempo máximo de almacenamiento	Tamaño de muestra sugerido	Recipiente de muestreo
Metales (excepto Hg, As)	$\text{HNO}_3$ pH<2	6 meses	No aplica	1 L	Plástico o vidrio
Arsénico	HCl pH<2	28 días	No aplica	100 mL	Plástico o vidrio
Mercurio	$\text{HNO}_3$ pH<2	28 días	No aplica	100 mL	Plástico o vidrio